

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 62-036465

(43)Date of publication of application : 17.02.1987

(51)Int.Cl.

C08L 95/00
D01F 9/14

(21)Application number : 60-175783

(71)Applicant : UNITIKA LTD

(22)Date of filing : 12.08.1985

(72)Inventor : INAGAKI MICHIO
KAKISHITA TOMONARI

(54) COMPOSITION FOR FORMATION OF CARBIDE HAVING FINE OPTICAL TEXTURE

(57)Abstract:

PURPOSE: To provide the titled compsn. which gives carbides having a uniform fine optical texture, inexpensively, by uniformly mixing fine tar pitch powder and/or softened molten tar pitch with a fine polyester resin powder.

CONSTITUTION: 40W95wt% tar pitch powder having a particle size of 300 μ or below and/or softened molten tar pitch are/is uniformly mixed with 60W5wt% polyester resin powder having a particle size of 300 μ or below to obtain the titled compsn. The compsn. is carbonized by heating under an ordinary or elevated pressure, whereby a carbide having a uniform fine optical texture and excellent strength can be inexpensively obtd. The carbide is suitable for use as a material for carbon fiber/carbon composite material, molding of carbon products, shaping of refractory, impregnation of refractory, etc.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭62-36465

⑬ Int. Cl.⁴

C 08 L 95/00
D 01 F 9/14

識別記号

1 0 7

庁内整理番号

6845-4J
6791-4L

⑭ 公開 昭和62年(1987)2月17日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全4頁)

⑮ 発明の名称 微細光学組織を有する炭素化物形成用組成物

⑯ 特 願 昭60-175783

⑰ 出 願 昭60(1985)8月12日

⑱ 発明者 稲垣 道夫 尾張旭市長坂町南山2874-30

⑲ 発明者 垣下 智成 城陽市寺田大谷26番地の77

⑳ 出願人 ユニチカ株式会社 尼崎市東本町1丁目50番地

㉑ 代理人 弁理士 大島 道男 外2名

明 細 書

1. 発明の名称

微細光学組織を有する炭素化物形成用組成物

2. 特許請求の範囲

粒径が300μ以下のタールピッチ粉粒体および/または軟化溶融したタール^{ピッチ}40～95重量%と粒径が300μ以下のポリエステル系樹脂粉粒体5～60重量%とが均一に混合されてなることを特徴とする微細光学組織を有する炭素化物形成用組成物。

3. 発明の詳細な説明

〔産業上の利用分野〕

本発明は、炭素化処理によつて均一な微細光学組織の炭素化物を簡単に得ることのできる炭素化物形成用組成物に関するものである。

〔従来の技術〕

一般に、有機物に炭素化処理および黒鉛化処理を施して得られる炭素化物は、耐熱性、耐薬品性などの優れた特性を有するために広範な用途に使用されており、今後さらに品質等の改善により大

量の使用が期待されている。

炭素化物の原料としては、安価な点などによりタールピッチなどが主として使用されている。炭素化物は、一般に500～600℃付近の初期段階における炭素化により得られる組織がその後施す黒鉛化処理時における挙動や黒鉛化処理後の機械的性質などの品質を左右するといわれているが、タールピッチから得られる初期段階の炭素化物は偏光顕微鏡での観察から知られているように流れ模様の粗い組織を有するものであり、これは亀裂が生じ易くて強度が弱く、これにさらに高温の黒鉛化処理を施しても得られた製品の品質の向上がほとんど期待できず、産業上の資材としては充分ではないという欠点があつた。また、フェノール樹脂、フラン樹脂を炭素化して得られる炭素材は光学的に等方性組織をもち、高い粘度などの特徴を有するが、炭素化の際の収縮が大きく、大型成型物を作り得ないなどの欠点をもっている。

〔発明が解決しようとする問題点〕

このタールピッチに種々の添加剤を加えるなど

してこれらの欠点を補う努力がなされている。そこで、タールピッチにフェノール樹脂等を添加して初期段階における炭素化物の組織として均一な微細組織を得ようとする試みもなされているが、フェノール樹脂等の場合にはタールピッチ粉粒体と単に機械的に混合して炭素化しても均一な微細組織を得ることができないため、芳香族炭化水素系溶剤を用いて予めタールピッチとフェノール樹脂とを各々溶解し、均一に混合したのち、溶剤を除去して炭素化せざるを得なかつた。しかし、この場合には多量の溶剤を必要とするので、操作が繁雑となると共に、コストが高騰する欠点があつた。

〔問題点を解決するための手段、作用〕

本発明は、かかる現状に鑑み、粒径が300 μ 以下のタールピッチ粉粒体および/またはタールピッチの溶融体40～95重量%に粒径が300 μ 以下のポリエステル系樹脂粉粒体5～60重量%を均一に混合することにより、溶剤を用いることなく簡易に均一な微細光学組織を有する炭素化

エノールAなどのジアルコール、ハイドロキノン、2,6-ヒドロキシナフタレン、ビスフェノールAなどのジフェノールおよびP-(2-ヒドロキシエチル)フェノールなどのフェノールアルコールとを適宜組合せて重合した飽和ポリエステル単独あるいはこれらの共重合体や混合物が望ましいが、これらに限定されるものではない。このほか、他の共重合成分としてステロール、ビニルトリアジン、ビニルベンゼン、ジアリルフタレートなどを用いたポリエステル系樹脂であつても良い。特に、溶融温度が250～280℃のポリエチレンテレフタレートが最適である。ポリエステル系樹脂は粉砕機により粉砕され、粒径が300 μ 以下の粉粒体として使用される。

タールピッチ粉粒体とポリエステル系樹脂粉粒体との混合は、溶剤等を用いることなく、機械的に混合することにより簡易に行なわれる。また、タールピッチ溶融体もポリエステル系樹脂粉粒体と良好な相容性のために機械的に簡易に行なわれる。タールピッチ粉粒体およびまたはその溶融体

物の形成を可能とする組成物を提供せんとするものである。

本発明におけるタールピッチは石炭タールピッチ、石油タールピッチ、これらの混合物等の粒径が300 μ 以下の粉粒体およびまたはそれらの溶融体である。粒径が300 μ 以下の粉粒体とする手段としては、粉砕機による粉砕、さらに微粒が望ましい場合にはベンゼン等の有機溶剤可溶成分を凍結乾燥する手段が採用される。ここで使用するタールピッチの望ましい特性としては、特に粉体の場合には軟化点が80～130℃、177℃における粘度が380～400cpsであつて、ベンゼン等の有機溶剤に可溶であることも望ましい。

本発明に使用するポリエステル系樹脂はテレフタル酸、イソフタル酸、2,6-ナフテン酸、アジピン酸、コハク酸、セバチン酸などの各種ジカルボン酸、P-オキシ安息香酸、バニリン酸などのオキシカルボン酸とエチレングリコール、プロピレングリコール、ブチレングリコール、ビスフ

とポリエステル系樹脂粉粒体との混合比は前者40～95重量%に対して後者5～60重量%である。この混合比は上記の範囲内において炭素化のさいの圧力や反応容器を開放するか密閉するかなどにより相違し、常圧下で開放系で炭素化する場合に5～25重量%という比較的少なくても広い範囲であつて良く、常圧下で密閉系で炭素化する場合に25～35重量%という比較的多くて狭い範囲内であり、さらに圧力下では圧力の値によつて異なるが、40～60重量%という多量を要する。混合比、圧力等を変化させることにより、簡単に炭素化物の組織を制御することができると共に、圧力下に限らず、常圧下で均一な微細光学組織を有する炭素化物を得ることが可能である。

実施例1

タールピッチには、次表に示す性能を有する石油ピッチをベンゼンに溶解し、凍結乾燥により150 μ 以下の粉体としたものを使用し、ポリエステル系樹脂としては溶融温度270℃、溶融粘度2500～3500cpsのポリエチレンテレフタレートチツ

ブ(径2mm、長さ2mm)を細田鉄工株式会社製ビクトリーミルにて衝撃破砕してふるいにより粒径が約150μを越えるものを除き150μ以下のものを集めて使用した。

表

A S H (アッシュランド社製電極用ビッチ)	240
固定炭素含有率	50.3%
比 重	1.228
軟 化 点	116℃
熔融粘度(177℃)	395cps
サルファ含有	1.6~2.8%
ベンゼン溶解成分	95%

タールビッチおよびポリエチレンテレフタレート
の両粉末を重量比で50:50の割合でミキサーにて均一に混合して炭素化物形成用組成物を得た。この組成物をアルゴン雰囲気下で管体に封入し、これをオートクレーブ内に装填し、オートクレーブ内を窒素ガスにて置換した後、内圧が30Mpaとなるまで加圧し、この圧力を維持しながら

であつた。

比較例1

実施例1と同様のタールビッチ粉粒体にポリエチレンテレフタレート粉粒体を添加しないで実施例1と同様にして炭素化した結果は第4図に示すように粗い光学異方性組織であつた。

比較例2

実施例1と同様のポリエチレンテレフタレート粉粒体単独を実施例1と同様にして炭素化した結果は第5図に示すように等方性であつた。

〔発明の効果〕

本発明によれば、炭素化により均一な微細光学異方性組織を簡単、かつ安価に得ることができ、この炭素化段階の組織はさらに後に施す黒鉛化処理後の最終製品の品質を左右し、強度の弱い組織ものとは異なり、優れた強度等の特性の取得を可能とするので、炭素繊維/炭素複合材料用、炭素製品成形用、耐火物造形用、耐火物含浸用などの産業上の有用な資材として使用することが可能である。

ら650℃まで加熱した。650℃にて5時間保持した後、放冷して炭素化物を得た。炭化収率は60%であり、これを偏頭微鏡で観察した結果は第1図に示すような均一で微細な光学異方性組織であつた。

実施例2

実施例1と同様のタールビッチ粉粒体とポリエチレンテレフタレート粉粒体との70:30の組成物をアルゴン雰囲気下で管体に封入し、これを常圧下で^{650℃にて5時間}加熱した。得られた炭素化物の炭化収率は52%であり、偏光頭微鏡により観察した結果は第2図に示すように均一な微細光学異方性組織であつた。

実施例3

実施例1と同様のタールビッチ粉粒体とポリエチレンテレフタレート粉粒体との80:20の組成物を窒素気流下で650℃にて加熱し、5時間保持した後、放冷して炭素化物を得た。炭化収率は43%であり、これを偏光頭微鏡で観察した結果は第3図に示すように均一な微細光学異方性組織

4.図面の簡単な説明

第1図ないし第3図は本発明に係る炭素化物形成用組成物に炭素化処理を施して得られる微細光学組織を示す偏光頭微鏡写真である。第4図および第5図は比較例の組成物より得られる光学組織を示す偏光頭微鏡写真である。

特許出願人 ユニチカ株式会社

代理人 大 島 道 男

同 沖 野 佐 市

同 岩 木 謙 二

第 3 図



第 4 図



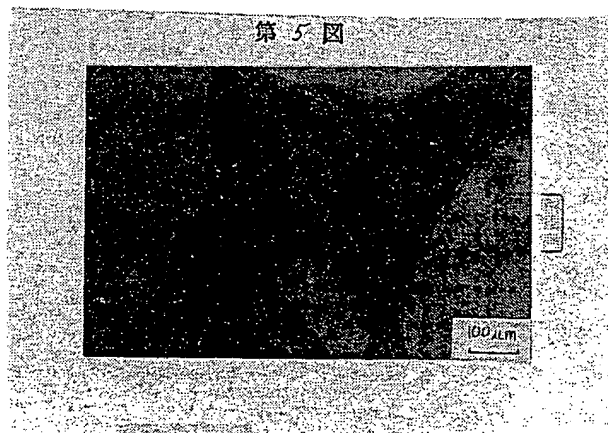
第 1 図



第 2 図



第 5 図



BEST AVAILABLE COPY